

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-026146

(43)Date of publication of application : 25.01.2000

(51)Int.CI.

C04B 24/26
B01F 17/52
C04B 28/02
C08K 5/09
C08L 55/00
C08L 71/02
// C08F290/06
C04B103:40

(21)Application number : 10-191787

(71)Applicant : TAIHEIYO CEMENT CORP

(22)Date of filing : 07.07.1998

(72)Inventor : TSUKADA KAZUHISA
HAYASHI HIROSHI
ISOMURA HIROTAKA
SOEDA KOICHI
MAKINO KENJIRO

(54) POWDERY CEMENT DISPERSANT AND CEMENT COMPOSITION USING SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a powdery cement dispersant with high concn. easy to handle by adding a polyalkylene glycol or a fatty acid having a specified number of C atoms to an aq. soln. of a polycarboxylic acid type high molecular compd. having a polyalkylene glycol chain and converting the aq. soln. into dry powder.

SOLUTION: The powdery cement dispersant contains particles contg. 100 pts.wt. polycarboxylic acid type high molecular compd. having a polyalkylene glycol chain, about 0.2-30 pts.wt. polyalkylene glycol or 8-22C fatty acid and, optionally, about 0.1-30 pts.wt. inorg. powder and preferably has 5-2,000 μm average particle diameter. The polycarboxylic acid type high molecular compd. is preferably a (meth)acrylic acid or maleic acid copolymer having a number average mol.wt. of about 2,000-50,000. The polyalkylene glycol is preferably a polyethylene glycol having a number average mol.wt. of 1,000-200,000 or a polypropylene glycol having a number average mol.wt. 2,000-6,000.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

DialogWeb Output

1/2 ページ

JP 2000-26146

DialogWeb

GatedSearch new search favorites settings orders export logout help

Targeted Search Records for: Patents

Output Format: Full Record Output as: Browser display/send

Modify select back to search back to picklist

Records 1 of 1 In full Format

1. 1/19/1 (Item 1 from file: 352) DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2003 Thomson
Derwent. All rts. reserv.

013004924

WPI Acc No: 2000-176776/200016

XRAM Acc No: C00-055167

Powdered dispersant for cement composition - comprising
polycarboxylic acid based high molecular compound having polyalkylene glycol
chain and polyalkylene glycol and/or fatty acid

Patent Assignee: ONODA CEMENT CO LTD (ONOD)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 2000026146	A	20000125	JP 98191787	A	19980707	200016 B

Priority Applications (No Type Date): JP 98191787 A 19980707

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 2000026146 A 8 C04B-024/26

Abstract (Basic): JP 2000026146 A

NOVELTY - A powdered dispersant contains particles containing: (a) a polycarboxylic acid-based high-molecular compound having a polyalkylene glycol chain; and (b) one or two or more selected from a polyalkylene glycol and a 8-22C fatty acid.

USE - The powdered dispersant is used for preparing the cement composition and is previously compounded with a premixed product.

ADVANTAGE - The powdered dispersant allows the use of the premixed product and exerts superior performance with a small amount of the powdered dispersant compared with conventional powdered dispersants.

Dwg. 0/0

Title Terms: POWDER; DISPERSE; CEMENT; COMPOSITION; COMPRISE; ACID; BASED;
HIGH; MOLECULAR; COMPOUND; GLYCOL; CHAIN; GLYCOL; FATTY; ACID

Derwent Class: A25; A93; L02

International Patent Class (Main): C04B-024/26

International Patent Class (Additional): B01F-017/52; C04B-028/02;
C04B-103-40; C08F-290/06; C08K-005/09; C08L-055/00; C08L-071/02

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): A04-F04; A04-F05; A05-H03; A12-R01A; L02-D14F

Polymer Indexing (PS):

<01>

001 018; R00460 G0306 G0271 G0260 G0022 D01 D12 D10 D26 D51 D53 D58 D60
D84 F36 F35; R00446 G0282 G0271 G0260 G0022 D01 D12 D10 D26 D51 D53
D58 D60 D83 F36 F35; R00901 G0760 G0022 D01 D12 D10 D51 D53 D59 D60
D84 F37 F35 E00 E01; H0000; H0011-R; S9999 S1456-R; S9999 S1514
S1456; P0088 ; P0099

002 018; P0975-R P0964 F34 D01 D10; S9999 S1514 S1456

003 018; R00351 G1558 D01 D23 D22 D31 D42 D50 D73 D82 F47; H0000; P0055
; P8004 P0975 P0964 D01 D10 D11 D50 D82 F34; S9999 S1514 S1456

004 018; R00370 G1558 D01 D11 D10 D23 D22 D31 D42 D50 D73 D83 F47;
H0000; P8015 P0975 P0964 D01 D10 D11 D50 D83 F34; P0055; S9999
S1514 S1456

005 018; ND01; Q9999 Q7001 Q6995; Q9999 Q9110; B9999 B5094 B4977 B4740;

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-26146

(P2000-26146A)

(43) 公開日 平成12年1月25日 (2000.1.25)

(51) Int.Cl.⁷
C 0 4 B 24/26

識別記号

F I
C 0 4 B 24/26

テマコード(参考)
F 4 D 0 7 7

B 0 1 F 17/52
C 0 4 B 28/02

B 0 1 F 17/52
C 0 4 B 28/02

E 4 G 0 1 2
H 4 J 0 0 2

4 J 0 2 7

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁) 最終頁に統く

(21) 出願番号 特願平10-191787

(71) 出願人 000000240

太平洋セメント株式会社
東京都千代田区西神田三丁目8番1号

(22) 出願日 平成10年7月7日 (1998.7.7)

(72) 発明者 塚田 和久

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小
野田株式会社中央研究所内

(72) 発明者 林 浩志

千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小
野田株式会社中央研究所内

(74) 代理人 100068700

弁理士 有賀 三幸 (外4名)

最終頁に統く

(54) 【発明の名称】 粉末状セメント分散剤及びこれを用いたセメント組成物

(57) 【要約】

【解決手段】 ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物と、ポリアルキレングリコール及び炭素数8~22の脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上とを含む粒子を含有する粉末状セメント分散剤及びこれを含有するセメント組成物。

【効果】 主成分の含有量が多く、ガム化や固結がない。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物と、ポリアルキレングリコール及び炭素数8～22の脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上とを含む粒子を含有する粉末状セメント分散剤。

【請求項2】 ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物と、無機粉体と、ポリアルキレングリコール及び炭素数8～22の脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上とを含む粒子を含有する粉末状セメント分散剤。

【請求項3】 ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物が、(メタ)アクリル酸系共重合体及びマレイン酸系共重合体から選ばれる1種又は2種以上である請求項1又は2記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項4】 ポリアルキレングリコールが、平均分子量1000～200000のポリエチレングリコール及び/又は平均分子量2000～6000のポリプロピレングリコールである請求項1～3の何れか1項記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項5】 平均粒径が5～2000μmである請求項1～4の何れか1項記載の粉末状セメント分散剤。

【請求項6】 請求項1～5の何れか1項記載の粉末状セメント分散剤及びセメントを含むセメント組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は流動性の優れたセメント組成物を製造するために用いられるセメント分散剤に関し、詳細には、プレミックス製品にもあらかじめ配合することができる粉体のセメント分散剤に関する。

【0002】

【従来の技術】セメントを使用した組成物、例えばコンクリートやモルタルは、強度や耐久性を向上させるため、一般には水セメント比(W/C比)が小さいことが望ましい。しかしながら、W/C比が小さいと流動性や作業性が悪くなるという問題があるため、W/C比が小さくても良好な流動性及び作業性が確保できるように、セメント分散剤が使用されている。

【0003】近年、低水セメント比で良好な流動性が得られるセメント分散剤として、ポリカルボン酸系高分子化合物を主成分とする分散剤を使用する例が増えていく。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、ポリカルボン酸系高分子化合物を主成分とする分散剤は一般に水溶液として製造されるため、左官材料等のプレミックス製品に予め配合しておくことが不可能であり、輸送等においては粉体セメント分散剤に比べコストがかかるという欠点があった。

10

20

30

40

50

【0005】また現在広く用いられている、ナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物やメラミンスルホン酸塩ホルマリン縮合物を主成分とする粉末セメント分散剤は、IARC(国際がん研究機関)の評価で発癌性が指摘されているホルマリンを含んでいる可能性があるため、安全性の面からポリカルボン酸系高分子化合物を主成分とする粉末セメント分散剤が望まれている。

【0006】液状セメント分散剤などのセメント混和剤を粉末化する技術としては、生石灰の消化反応熱を利用する方法(特公平7-14829号)、噴霧乾燥器を使用する方法(特許第2669761号)、セメント分散剤の主成分である高分子化合物の水に対する溶解度を低下させて粉末化を容易にする方法(特開平9-309756号)もあるが、これらの方法でポリカルボン酸系高分子化合物濃度の高い粉末セメント分散剤を製造しようとすると、乾燥固化の過程でガム状となったり、粉末化したもののが固結したり、乾燥のために多大な熱エネルギーが必要であったり、セメント用分散剤の性能が低下したりする問題があった。従って本発明の目的は、上記問題点を解決し、セメント分散剤に使用されるポリカルボン酸系高分子化合物の水溶液を高濃度で粉末化した粉末セメント分散剤を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】斯かる実情に鑑み本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意研究を行った結果、ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物をポリアルキレングリコール及び脂肪酸から選ばれた1種又は2種以上の物質とともに乾燥粉末化させることにより、ポリカルボン酸系高分子化合物の含有量を高くしても、状態がガム状になり粉末化できなかったり、粉末化したものが固結したりせずに良好な状態の粉末セメント分散剤が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0008】すなわち本発明は、ポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物と、ポリアルキレングリコール及び炭素数8～22の脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上と、必要により無機粉体を含む粒子を含有する粉末状セメント分散剤、並びにこれとセメントとを含むセメント組成物を提供するものである。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明で用いるポリアルキレングリコール鎖を有するポリカルボン酸系高分子化合物は、セメント分散剤として用いられるものであれば特に限定されず、例えば(a)(メタ)アクリル酸系共重合体及び(b)マレイン酸系共重合体等が挙げられ、これらは1種でも2種以上を混合して用いてもよい。

【0010】これらのうち(a)としては、基-COO_M(式中、Mは水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示す)及びポリア

ルキレンジリコール鎖を有する(メタ)アクリル酸系共重合体が好ましいものとして挙げられ、また(b)は、特開平6-239652号公報記載のポリアルキレンジリコールアルケニルエーテル-無水マレイン酸共重合体等が好ましいものとして挙げられる。

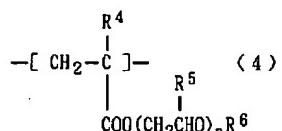
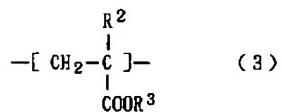
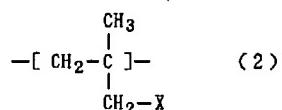
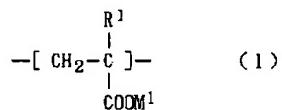
【0011】上記(a)の(メタ)アクリル酸系共重合体の基-COOM中のMは、水素原子；ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属；カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属；アンモニウム又は有機アミンが好ましい。また、ポリアルキレンジリコール鎖は-O(CH₂C(R^a)HO)_b-で示されるものであり、ここでR^aは水素原子又はメチル基を示し、bは5~109が好ましく、特に20~109、更に30~109が好ましい。

【0012】更に(a)として好ましいものとしては、全構成単位中に、下記式(1)で示される構成単位

(1)を40~80モル%、下記式(2)で示される構成単位(2)を2~25モル%、下記式(3)で示される構成単位(3)を3~20モル%及び下記式(4)で示される構成単位(4)を1~45モル%の割合で有する数平均分子量2000~50000の(メタ)アクリル酸系共重合体が挙げられる。

【0013】

【化1】



【0014】[式中、R¹、R²、R⁴及びR⁵は同一又は異なって水素原子又はメチル基を示し、R³及びR

⁶は炭素数1~3のアルキル基を示し、M¹は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、Xは-SO₃M²又は-O-P_h-SO₃M²(ここで、M²は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、Phはフェニレン基を示す)を示し、nは5~109の整数を示す]

【0015】上記式(1)~(4)中、R¹、R²、R⁴及びR⁵は、メチル基が好ましい。またR³及びR⁶としては、メチル基、エチル基、n-プロピル基、i-プロピル基が挙げられ、就中メチル基が好ましい。また、M¹としては、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルカノールアミン等が好ましく、特に、水に対する溶解性の面からナトリウムが好ましい。また基X中のM²としては、ナトリウム、カリウム等のアルカリ金属原子、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属、アンモニウム及びエタノールアミン等のアルカノールアミン等の有機アミンが挙げられる。これらのうちXとしては、-SO₃Naが好ましい。また、(4)式中のnは5~109が好ましく、特に20~109、更に30~109が好ましい。構成単位

(1)は40~80モル%であることが好ましく、特に45~75モル%であることが好ましい。構成単位(2)は2~25モル%であることが好ましく、特に5~20モル%であることが好ましい。構成単位(3)は3~20モル%であることが好ましく、特に5~15モル%であることが好ましい。また、構成単位(4)は1~45モル%であることが好ましく、特に3~40モル%であることが好ましい。なお、構成単位のモル%は、

【0016】また特に(a)として好ましいものとしては、全構成単位中に、下記式(5)で示される構成単位(5)を40~70モル%、下記式(6)で示される構成単位(6)を5~30モル%、下記式(7)で示される構成単位(7)を1~20モル%、下記式(8)で示される構成単位(8)を1~30モル%及び下記式

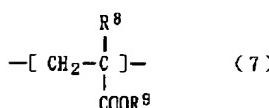
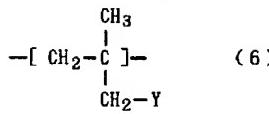
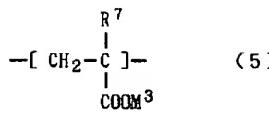
(9)で示される構成単位(9)を1~30モル%の割合で有する数平均分子量2000~50000の(メタ)アクリル酸系共重合体が挙げられる。

【0017】

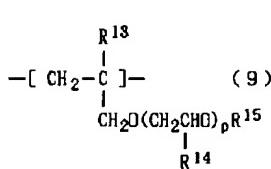
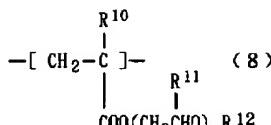
【化2】

(4)

5



6



【0018】〔式中、 R^7 、 R^8 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{13} 及び R^{14} は同一又は異なる水素原子又はメチル基を示し、 R^9 、 R^{12} 及び R^{15} は炭素数1～3のアルキル基を示し、 M^3 は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 Y は $-\text{SO}_3^-$ 、 M^4 又は $-\text{O}-\text{Ph}-\text{SO}_3\text{M}^4$ （ここで、 M^4 は水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム又は有機アミンを示し、 Ph はフェニレン基を示す）を示し、 m は5～109の整数を示し、 p は5～50の整数を示す。〕

【0019】上記式(5)～(9)中、 R^7 、 R^8 、 R^{10} 、 R^{11} 、 R^{13} 及び R^{14} はメチル基が好ましい。また、 R^9 、 R^{12} 及び R^{15} としては、メチル基、エチル基、 n -ブロピル基、 i -ブロピル基が挙げられ、就中、メチル基が好ましい。また、 M^3 及び M^4 としては、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、アルカノールアミン等が好ましく、特にナトリウムが好ましい。また基 Y としては $-\text{SO}_3^-$ が好ましい。（8）式中の m は5～109が好ましく、特に20～109が好ましく、更に30～109が好ましい。また、（9）式中の p は5～109が好ましく、特に20～109が好ましく、更に30～109が好ましい。構成単位(5)は40～70モル%であることが好ましく、特に45～65モル%であることが好ましい。構成単位(6)は5～30モル%であることが好ましく、特に8～23モル%であることが好ましい。構成単位(7)は1～20モル%であることが好ましく、特に1～15モル%であることが好ましい。構成単位(8)は1～30モル%であることが好ましく、特に5～25モル%であることが好ましい。また、構成単位(9)は1～30モル%であることが好ましく、特に3～25モル%であることが好ましい。なお、構成単位のモル%は(5)～(9)の全構成単位の合計を100モル%とした場合の夫々の構成単位のモル%を示す。

【0020】上記構成単位からなる（メタ）アクリル酸系共重合体としては、数平均分子量2000～50000（GPC法、ポリエチレンゴリコール換算）のものが好ましく、3500～30000のものがより好まし

い。

【0021】一方、粉末化に用いるポリアルキレンゴリコールとしては、分子量1000～20000のポリエチレンゴリコール、分子量2000～6000のポリプロピレンゴリコールが好ましいものとして挙げられる。このうちポリエチレンゴリコールが特に好ましく、更に平均分子量2000～4000のポリエチレンゴリコールが好ましい。

【0022】また、炭素数8～22の脂肪酸は、飽和でも不飽和でもよく、また直鎖でも分岐を有するものであってもよい。具体的には、カプリル酸、ペラルゴン酸、カプリン酸、ウンデシル酸、ラウリン酸、トリデシル酸、ミリスチン酸、ペンタデシル酸、パルミチン酸、ヘクタデシル酸、ステアリン酸、ノナデカン酸、アラキニ酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、エライジン酸、セトレイン酸、エルカ酸、プラシジン酸及びそれらの塩が挙げられる。上記脂肪酸の塩としては、ナトリウム、カリウム、バリウム、カルシウム、亜鉛、アルミニウム、マグネシウム等の金属塩が好ましい。就中、ステアリン酸及びその塩が好ましく、特に好ましいものとしては、ステアリン酸カルシウムが挙げられる。

【0023】ポリアルキレンゴリコール及び脂肪酸は、1種でも2種以上を混合して用いてもよく、その使用量は、前記ポリカルボン酸系高分子化合物等の高分子化合物の固形分100重量部に対し、0.2～30重量部とすることが好ましく、特に0.5～20重量部が好ましい。

【0024】本発明では、上記必須成分の他、更に無機粉体を添加してもよい。本発明で用いられる無機粉体としては、炭酸カルシウムや珪酸カルシウム等の無機塩類の粉末やカオリナイト、ベントナイト等の粘土鉱物粉末、又は高炉スラグやフライアッシュなどの微粉末が使用できる。これら無機粉体は、特に粉末化が困難な高分子化合物を粉末化するのに効果的であるが、高分子化合物の水溶液を高濃度で粉末化するためには、無機粉末の使用量は高分子化合物水溶液の固形分100重量部に対し、0.1～30重量部とすることが好ましく、特に0.5～10重量部以下とすることが好ましい。

20

30

30

30

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

40

【0025】本発明のセメント混和剤の平均粒径は5～2000μmの範囲とすることが好ましく、特に10～1000μmとすることが好ましい。平均粒径が5μm未満になると粉末セメント分散剤が凝集しやすくなり、2000μmを超えると水に対する溶解性が低下し、セメントに対する分散性の経時的な変動が大きくなるため好ましくない。本発明の粉末状セメント分散剤は、例えばポリカルボン酸系高分子化合物と、ポリアルキレングリコール及び炭素数8～22の脂肪酸から選ばれる1種又は2種以上と、必要により無機粉体と、水を含有する混合物を乾燥固化し、粉碎することにより製造することができる。好ましくは、混練攪拌しながら乾燥を行うと比較的容易に解碎されるため、ポリカルボン酸系高分子化合物の含有量が高く、状態の良好な粉末セメント分散剤を製造することができる。混練攪拌による乾燥粉末化は40～120℃程度に、好ましくは60～100℃に加熱しながら減圧状態又は乾燥ガス雰囲気で行うことが好ましく、このようにすれば、ポリカルボン酸系高分子化合物を変質させることなく、良好な状態の粉末を得ることができる。また、乾燥粉末化したセメント分散剤は、任意の粉碎・分級方法により平均粒径5～2000μm、好ましくは10～1000μmに調整することができます。

* 【0026】本発明のセメント分散剤が適用できるセメントは特に限定されず、通常用いられている普通ポルトランドセメント、高炉セメント、シリカセメント、フライアッシュセメント等の混合セメント、更には、超速硬セメント、低アルカリセメントでも良く、更にまた、速硬材を含有させた吹き付け用セメントに対しても効果がある。更に、高炉スラグ、フライアッシュをコンクリート調製時に添加するコンクリート組成物にも効果的である。

10 【0027】本発明の粉体セメント分散剤のセメントへの添加量は、セメント100重量部に対して0.01～5重量部とすることが好ましく、特に0.05～3重量部とすることが好ましい。また、本発明のセメント組成物は、通常用いられる、各種骨材、增量材、混和剤等を本発明の効果を損なわない限り含有することができる。

【0028】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、実施例に使用した材料は以下の通りである。

20 【0029】【使用材料】

【0030】

【表1】

* ポリカルボン酸系高分子化合物水溶液(1) (固体分30%水溶液)

(モル%)				
式(1)相当分	式(2)相当分	式(3)相当分	式(4)相当分	分子量
メタクリル酸Na	メタリルスルホン酸Na	メチルアクリレート	メトキシポリ($n=23$) エチレングリコール メタクリレート	
54	7	8	31	5000

【0031】

【表2】
ポリカルボン酸系高分子化合物水溶液(2) (固体分30%水溶液)

(モル%)				
式(1)相当分	式(2)相当分	式(3)相当分	式(4)相当分	分子量
メタクリル酸Na	メタリルスルホン酸Na	メチルアクリレート	メトキシポリ($n=75$) エチレングリコール メタクリレート	
63	13	15	9	18900

【0032】

【表3】
ポリカルボン酸系高分子化合物水溶液(3) (固体分30%水溶液)

(モル%)					
式(5)相当分	式(6)相当分	式(7)相当分	式(8)相当分	式(9)相当分	分子量
メタクリル酸Na	メタリルスルホン酸Na p-メタリルオキシベンゼンスルホン酸	メチルアクリレート	メトキシポリ($m=23$) エチレングリコール メタクリレート	メトキシポリ($p=8$) エチレングリコール モノアリルエーテル	
60	8	5	2	10	5600

【0033】

50 【表4】

ポリカルボン酸系高分子化合物水溶液(4)(固体分30%水溶液)

(モル%)

式(5)相当分	式(6)相当分	式(7)相当分	式(8)相当分	式(9)相当分	分子量
メタクリル酸 Na	メタリルス ルホン酸Na	p-メタリルオ キシベンゼン スルホン酸	メチルアクリ レート	メトキシポリ($\eta=75$) エチレングリコール メタクリレート	メトキシポリ($\eta=30$) エチレングリコール モノアリルエーテル
64	10	7	3	6	17000

【0034】ポリアルキレングリコール：ポリエチレン
グリコール（分子量4000）、関東化学社製
脂肪酸：ステアリン酸カルシウム、関東化学社製
無機粉末：炭酸カルシウム、関東化学社製
セメント：秩父小野田（株）製普通ポルトランドセメント
比較例で使用した粉末セメント分散剤：ナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物（花王（株）製マイティー100）
メラミンスルホン酸塩ホルマリン縮合物（SKW TR OSTBERG AG製メルメントF10M）
〔乾燥粉末化方法〕
乾燥機：ロータリーエバポレーター（柴田科学社製、型式R114-A-W）

〔水分測定方法〕ケット水分測定器（KETT ELE CTRIC LABORATORY社製、FD-600）で測定

【0035】実施例1

ロータリーエバポレーターに、表1記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1gの混合物を仕込み、バス温度80℃、真空度30Torrで、濃縮乾固（5時間）し、固体を乳鉢ですり潰して粒径50～500μmとし、本発明の粉末セメント分散剤（粉末分散剤1）を得た。

【0036】実施例2

ロータリーエバポレーターに、表1記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとステアリン酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤2）を得た。

【0037】実施例3

ロータリーエバポレーターに、表1記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1g及びステアリン酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤3）を得た。

【0038】実施例4

ロータリーエバポレーターに、表1記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1g及び炭酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤4）を得た。

【0039】実施例5

10 ロータリーエバポレーターに、表1記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとステアリン酸カルシウム1g及び炭酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤5）を得た。

【0040】実施例6

ロータリーエバポレーターに、表2記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）0.5gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤6）を得た。

【0041】実施例7

ロータリーエバポレーターに、表3記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤7）を得た。

【0042】実施例8

30 ロータリーエバポレーターに、表3記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとステアリン酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤8）を得た。

【0043】実施例9

ロータリーエバポレーターに、表3記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1g及びステアリン酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤9）を得た。

【0044】実施例10

40 ロータリーエバポレーターに、表3記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）1g及び炭酸カルシウム1gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤10）を得た。

【0045】実施例11

ロータリーエバポレーターに、表4記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液（固体分30%）33gとポリエチレングリコール（分子量4000）0.5gの混合物を仕込み、実施例1と同一条件で乾燥粉末化し、（粉末分散剤11）を得た。

50 【0046】比較例1～4

表1～4に記載のポリカルボン酸系高分子化合物水溶液
(固形分30%) 単味33gを実施例1の条件で乾燥
し、表5に記載の粉末セメント分散剤(粉末分散剤12)*

*～15)を得た。
【0047】
【表5】

区分	粉末分散剤の種類	ポリカルボン酸系高分子化合物の種類	粉末化の可否 ^{注1}	ポリカルボン酸系高分子化合物 固形分 (%)	ポリアルキレングリコール(ポリエチレングリコール) 固形分 (%)	脂肪酸(ステアリン酸カルシウム) 固形分 (%)	無機粉末(炭酸カルシウム) 固形分 (%)	水分(%)	(重量%)
									粉末の状態 ^{注2}
実施例1	粉末分散剤1	表1	○	86.6	8.7			4.7	○
実施例2	粉末分散剤2	表1	○	86.8		8.7	8.0	4.5	○
実施例3	粉末分散剤3	表1	○	80.2	8.0	8.0		3.8	○
実施例4	粉末分散剤4	表1	○	80.3	8.0		8.0	3.7	○
実施例5	粉末分散剤5	表1	○	80.4		8.0	8.0	3.5	○
実施例6	粉末分散剤6	表2	○	91.9	4.6			3.5	○
実施例7	粉末分散剤7	表3	○	86.5	8.6			4.9	○
実施例8	粉末分散剤8	表3	○	86.6		8.7	8.1	4.7	○
実施例9	粉末分散剤9	表3	○	80.6	8.1	8.1		3.3	○
実施例10	粉末分散剤10	表3	○	80.4	8.0		8.0	3.5	○
実施例11	粉末分散剤11	表4	○	91.7	4.6			3.7	○
比較例1	粉末分散剤12	表1	×	92.3				7.7	×
比較例2	粉末分散剤13	表2	○	93.5				6.5	×
比較例3	粉末分散剤14	表3	×	92.5				7.5	×
比較例4	粉末分散剤15	表4	○	93.3				6.7	×

注1：粉末化できたものを○、粉末化できなかったものを×とした。

注2：良好な状態の粉末であるものを○、粉末状態の粘性が高く取り扱いにくいものを×とした。

【0048】表5よりポリアルキレングリコール及び／又は脂肪酸を使用しないもの(比較例1～4)は効率よく良好な粉末セメント分散剤が得られないことが分かる。

【0049】得られた粉末セメント分散剤の性能試験を以下のように行った。

【0050】試験例

普通ポルトランドセメント100重量部に対し水27重量部を加え、ホバートミキサーを用いて3分間混合して

ペーストを調整し、フロー値を測定した。尚、本発明品

30

【表6】

の粉末セメント分散剤はあらかじめセメントに(セメン※

※トの内割で)混合して使用し、ポリカルボン酸系高分子化合物水溶液は混練水に(水の内割で)混合して使用した。試験結果を表6に示す。

【フロー値測定方法】厚さ5mmのみがき板ガラスの上に内径50mm、高さ11mmの塩化ビニール製パイプ(内容積100ml)を置き、調整したペーストを充填した後、パイプを引き上げる。広がりが静止した後、直角2方向の直径を測定しその平均値をフロー値とした。

【0051】

【表6】

区分	粉末分散剤の種類	添加量(セメント*%)	ペーストフロー(mm)	流動性評価 ^{注3}
実施例	粉末分散剤1	0.2	170	○
	粉末分散剤2	0.2	172	○
	粉末分散剤3	0.2	160	○
	粉末分散剤4	0.2	163	○
	粉末分散剤5	0.2	161	○
	粉末分散剤6	0.2	220	○
	粉末分散剤7	0.2	172	○
	粉末分散剤8	0.2	169	○
	粉末分散剤9	0.2	162	○
	粉末分散剤10	0.2	163	○
	粉末分散剤11	0.2	217	○
比較例	マイティー100 メルメントF10M	0.8 0.8	110 70	× ×

注3：流動性の評価はフロー値150mm以上を○、150mm以下を×とした。

【0052】表6より、本発明品は、既存の粉末分散剤に比べて、高い分散効果が得られることが分かる。

【0053】

【発明の効果】本発明の粉末セメント分散剤は、従来粉末化が困難であった特定構造の高分子を主成分とするセ

メント分散剤の水溶液を、特定の添加剤を用いて粉末化したものであり、プレミックス製品への利用を可能とし、更には、従来の粉末セメント分散剤に比べ、少ない添加量で優れた性能を発揮する。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	マークド(参考)
C 0 8 K	5/09	C 0 8 K	5/09
C 0 8 L	55/00	C 0 8 L	55/00
	71/02		71/02
// C 0 8 F	290/06	C 0 8 F	290/06
C 0 4 B	103:40		

(72) 発明者	磯村 弘隆 千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小 野田株式会社中央研究所内	F ターム(参考)	4D077 AB20 AC05 BA01 BA02 BA07 CA03 CA04 DC02Z DC27Y DD17Y DD20Y DD23Z DD32Y DD33Y DE07Y DE09Y DE10Y DE17Y DE29Y 4G012 PB16 PB31 PB32 PB36
(72) 発明者	副田 孝一 千葉県佐倉市大作二丁目4番2号 秩父小 野田株式会社中央研究所内		4J002 BG011 BG031 BH001 CH022 DE237 DJ007 DJ037 EF026 EF056 EG016 EG026 EG036
(72) 発明者	牧野 賢次郎 宮崎県延岡市桜ヶ丘二丁目517番57号		4J027 AC03 AC04 AC06 AJ01 AJ08 BA02 BA06 BA07 CA09 CA14 CA18 CA24 CA36